Journal of Metallurgical and Materials Engineering, 35, 4. 2024. (107- 122)

Ferdowsi University of Mashhad

Journal of Metallurgical and Materials Engineering

https://jmme.um.ac.ir

Iron&Steel Society of Iran

The Effect of Annealing on the Hardness and Microstructural Characterization of TM-321 Superalloy

Research Article

Abolfazl Rastegaran[1], Masumeh Seifollahi[2], Adli Khondzadeh[3]

DOI: 10.22067/jmme.2025.87922.1148

1- Introduction

The superalloy TM-321, with a composition of 8.2Co, 8.1Cr, 12.6W, 5Al, 0.8Ti, 4.7Ta, 0.9Hf, 0.11C, 0.01B, and 0.05Zr, is among the latest and most robust cast polycrystalline superalloys. The TM-321 superalloy is similar to Mar-M247, achieving higher mechanical properties through compositional modifications. The rupture life of the alloys TM-321 and Mar-M247 at 1000 °C and 118 MPa is 1000 and 596 hours, respectively. The microstructure of the cast alloy is dendritic and coarse-grained, and after heat treatment, it contains the γ matrix phase, the γ′ phase, the γ/γ′ eutectic, and carbides. In the patent for the TM-321 superalloy, solution heat treatment at 1080 °C followed by air cooling is proposed. After the introduction and use of the TM-321 superalloy in Japan's national gas turbine project and the patenting of this alloy in 1982, comprehensive information regarding the microstructure and phase morphology is not found in the available scientific literature, with only a few articles discussing the properties of the fine-grained alloy (a non-dendritic structure modified by grain refinement methods and optimized chemical composition with increased Zr content). Given the excellent tensile and creep properties of this alloy in its polycrystalline state, achieving the production stages of the cast alloy through vacuum induction melting, specifically in a coarse-grained state, could represent a significant advancement in acquiring the technical knowledge for producing this alloy. Considering the aforementioned points, this research investigates the microstructure of the superalloy after various solution treatment conditions to ultimately determine the optimal annealing conditions.

2- Materials and Methods

The superalloy TM-321 with the composition presented in Table 2 was produced using the VAR + ESR method. The solution treatment was examined at two temperatures, 1080 and 1180 °C, for durations of 2, 4, and 6 hours.

3- Results and Discussion

The dendritic structure of superalloy TM-321 during the solution treatment at the specified temperature and time ranges did not show significant changes due to the high percentage of heavy elements and their low diffusion rate. Figure 4 illustrates the variation of the volume fraction of the eutectic pools γ'/γ in both cast and solution-treated states.

The trend of changes in the γ′ precipitates is shown in Figure 5 at two solution treatment temperatures of 1080 and 1180 °C for a duration of 6 hours. After solution annealing at 1080 °C, the volume fraction of the precipitates decreases, and as the temperature increases to 1180 °C, numerous and fine clusters of γ′ precipitates will form and grow. The phenomenon of clustering of the γ′ phase is undesirable and will disrupt the establishment of a suitable distribution of size and morphology of the γ′ phase during aging.

The superalloy has a hardness between 392-418 Vickers in the as-cast condition. With the start of solution annealing at 1080 °C for 2 hours, no significant change is observed compared to the as-cast condition. However, after 4 hours, with the dissolution of fine precipitates, a decrease in hardness is noted, and by 6 hours, a slight increase in hardness is observed due to the coarsening of particles in the trend of the graph. With solution annealing at 1180 °C, a decreasing trend in hardness is observed with partial dissolution of precipitates up to 6 hours.

*Manuscript received May 7, 2024, Revised October 19, 2024, Accepted December 29, 2024.

[1] Researcher, Faculty of Materials and Manufacturing Technologies, Malek Ashtar University of Technology, Iran.

[2] Corresponding author: Associate Professor, Faculty of Materials and Manufacturing Technologies, Malek Ashtar University of Technology, Iran. **Email**: m_seifollahi@mut.ac.ir

[3] Researcher, Faculty of Materials and Manufacturing Technologies, Malek Ashtar University of Technology, Iran.

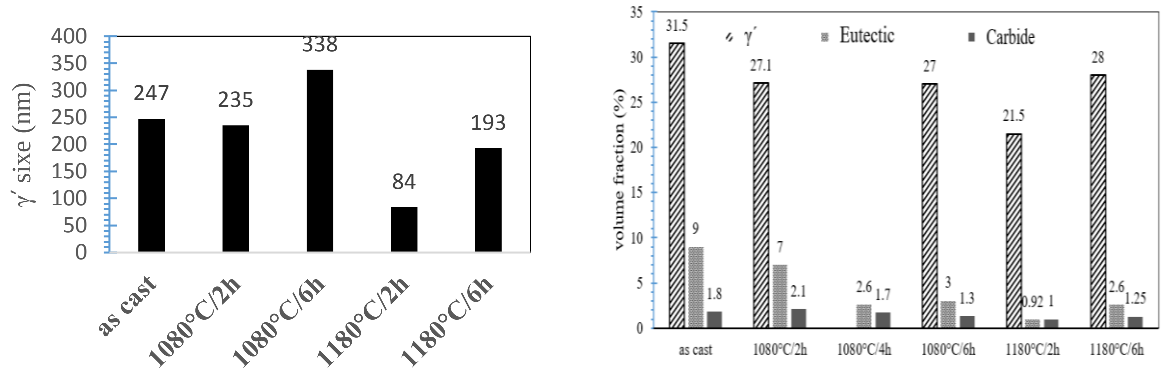


Figure 4. Diagram of the effect of solution annealing on a) the volume fraction of the γ′ , carbide, and eutectic phases, and b) the average size of the γ′ phase.

Table 1 – The range of selected element percentages, target charge amount for melting, and final chemical composition of superalloy TM-321.

Ref.	Co	Cr	W	Al	Ti	Ta	Hf	C	B	Zr
[6 و 8]	5-12	9-7	11/15-5	4/5-5/8	0/1-1/5	6-4	0/1-5/5	0/0-05/15	0/0-005/02	0/0-15/3
Target	8/2	8/1	12/6	5	0/8	4/7	0/9	0/11	0/01	0/2
Results	8/2	8/7	12/7	4/6	0/7	5	0/65	0/19	0/013	0/3

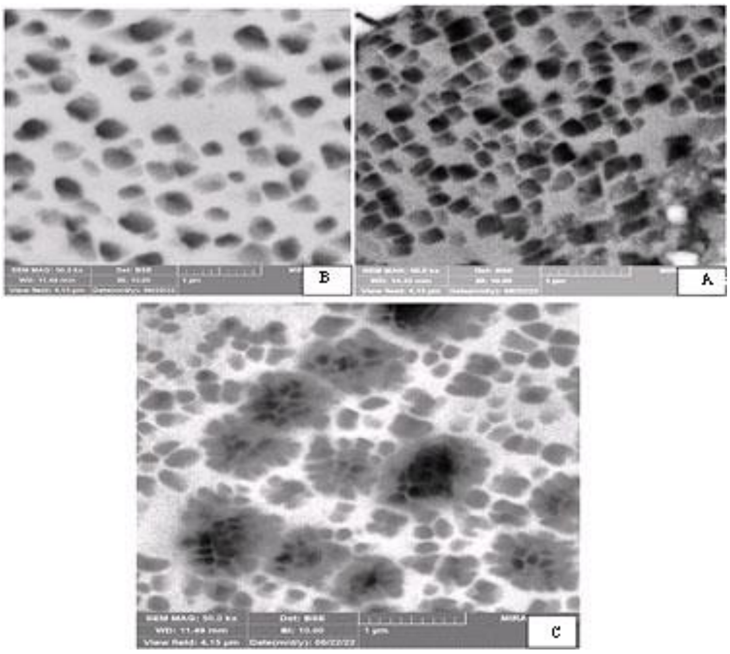


Figure 5. BSE images of the morphological changes of the γ′ phase during solution annealing heat treatment. a) After casting b) 1080 °C, 6 hours c) 1180 °C.

4- Conclusion

Among the heat treatment conditions of solution annealing conducted in this study for the superalloy TM-321 (Zr 2/%0), the overall achieved objectives include: reduction of eutectic pools, dissolution of primary γ' precipitates, and the creation of a fine size distribution of them. The cycle of 1180 °C for 2 hours was selected.

مهندسی متالورژی و مواد، ۳۵، ۴، ۱۴۰۳. (۱۰۷-۱۲۲)

مهندسی متالورژی و مواد

https://jmme.um.ac.ir/

انجمن آهن و فولاد ایران

دانشگاه فردوسی مشهد

اثر آنیل انحلالی بر ریزساختار و سختی سوپرآلیاژ پایه نیکل TM-321*

مقاله پژوهشی

ابوالفضل رستگاران[۱] معصومه سیف اللهی[۲] آدلی آخوندزاده[۳]

DOI: 10.22067/jmme.2025.87922.1148

چکیده در این پژوهش اثر دما و زمان آنیل انحلالی که توسط تحلیل ترمودینامیکی آلیاژ با نرم‌افزار ®Procast انتخاب شد، بر سختی و ریزساختار سوپرآلیاژ TM-321 بررسی شده است. در دمای ۱۰۸۰ درجه سانتی‌گراد، کسر حجمی یوتکتیک از ۹ درصد در حالت ریختگی به ۱/۷ درصد در ۴ ساعت کاهش یافته است و سپس در ۶ ساعت تغییر محسوسی نداشته و در دمای ۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد و زمان ۲ ساعت به ۰/۹ درصد کاهش یافته است. در زمان‌های ۴ و ۶ ساعت در دمای ۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد، خوشه‌های پرتعداد و ریز γ' تشکیل شده‌اند. خوشه‌ای شدن در ایجاد توزیع مناسبی از اندازه و مورفولوژی γ' اخلال ایجاد خواهد کرد. لذا محلول‌سازی در ۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد و ۲ ساعت، کمترین کسر حجمی فاز یوتکتیک (۰/۹ درصد)، بیشترین انحلال و کاهش اندازه فاز γ' اولیه (از ۲۴۷ به ۸۴ نانومتر) و در نهایت کاهش کسر حجمی کاربیدها از حدود ۲ به ۱ درصد و کاهش سختی را داراست که به عنوان بهترین شرایط محلول‌سازی در این پژوهش انتخاب شده است.

واژه‌های کلیدی سوپرآلیاژ TM-321، آنیل انحلالی، یوتکتیک γ/γ'، رسوبات γ'.

The Effect of Annealing on the Hardness and Microstructural Characterization of TM-321 Superalloy

Abolfazl Rastegaran Masumeh Seifollahi Adli Khondzadeh

Abstract *In this research, the effects of solution annealing heat treatment on the hardness and microstructure characteristic of TM-321 Ni base superalloy are investigated. The temperature of annealing was chosen on the basis of thermodynamic analysis of Procast 2018 for TM-321 superalloy. At 1080°C the volume percent of γ/γ' eutectic pool which was 9 Vol% in the as cast structure reduced to 1.7 vol% at 4h and it is stable till 6h. At 1180°C again it is considerably decreased to 1.2 vol%. At 1180°C and times more than 2h, numerous and fine clusters of γ' precipitates formed. The formation of γ' precipitates clusters will disrupt the creation of the proper distribution of γ' precipitates. At 1180°C/2h, the lowest eutectic volume fraction (0.9%), the highest dissolution and reduction in the fraction and size of primary γ' (21.5% and 84nm) are present, which has been chosen as the best conditions for solutionizing in this research.*

Keywords TM-321 superalloy, Solution annealing, γ/γ′ Eutectic , γ′ Precipitate.

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۳/۲/۱۸ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۳/۱۰/۹ می‌باشد.

(۱) محقق، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری‌های ساخت.

(۲) نویسنده مسئول، دانشیار، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری‌های ساخت.

Email: m_seifollahi@mut.ac.ir

(۳) محقق، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری‌های ساخت.

مقدمه

سوپرآلیاژ TM-321 با ترکیب 8.2Co, 8.1Cr, 12.6W, 5Al, 0.8Ti, 4.7Ta, 0.9Hf, 0.11C, 0.01B , 0.05Zr در میان آخرین و مستحکم‌ترین سوپرآلیاژهای چندبلوری ریختگی قرار دارد. این سوپرآلیاژ با هدف دستیابی به بیشینه خواص خزشی بدون استفاده از عناصری مانند رنیوم و روتنیوم و با هدف اقتصادی‌سازی آلیاژ، توسعه یافته است. سوپرآلیاژ TM-321 مشابه Mar-M247 است که با تغییرات ترکیبی به خواص مکانیکی بالاتری نسبت به این آلیاژ دست یافته است [1]. به طوری که عمر گسیختگی دو آلیاژ TM-321 و Mar-M247 در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد و تنش ۱۱۸ MPa به ترتیب برابر با ۱۰۰۰ و ۵۹۶ ساعت است [2].

از کاربردهای صنعتی سوپرآلیاژ TM-321 می‌توان به استفاده در منطقه پرفشار توربین گازی AGTJ-100B اشاره کرد. همچنین محققان شرکت مزدا در سال ۱۹۸۶ به برتری و عمر بالاتر دو سوپرآلیاژ Mar-M247 وTM-321 نسبت به Inconel713C و TRW6A پره‌های سوپر شارژر خودرو Mazda RX-7 به وضوح اشاره کرده‌اند [3].

ریزساختار آلیاژ در حالت ریختگی به صورت دندریتی و درشت‌دانه است و پس از عملیات حرارتی حاوی فازهای زمینه γ، فاز γ'، یوتکتیک γ/γ' و کاربیدها است. با توجه به محدود بودن مراجع موجود روی سوپرآلیاژ TM-321، به تحقیقات انجام شده بر سوپرآلیاژهای با ترکیب شیمیایی و کاربرد مشابه مانند MAR-247 و CM-247 مراجعه شد [4-8]. آلیاژ MAR-M247 با عملیات حرارتی پیرسازی (<۱۰۹۰ درجه سانتی‌گراد) به تنهایی یا محلول‌سازی (>۱۰۹۰ درجه سانتی‌گراد) + پیرسازی به کار گرفته می‌شود، زیرا این چرخه‌های عملیات حرارتی باعث بهبود خواص مکانیکی، کاهش جدایش عنصری (که در این آلیاژها شدید است)، ریزکردن توزیع γ' و کاربیدها در زمینه γ، کاهش مقدار فاز یوتکتیک γ/γ' و بهینه‌سازی مورفولوژی و توزیع کاربیدها در مرزدانه می‌شود [4]. طبق پژوهش لی و همکاران [5] محلول‌سازی در۱۲۴۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲ ساعت باعث تجزیه تمام فاز γ' اولیه به ثانویه شده است. در گزارش وولف و همکاران [6] محلول‌سازی در چند مرحله به صورت ۱۲۳۰ درجه سانتی‌گراد / ۲ ساعت + ۱۲۶۰ درجه سانتی‌گراد / ۲۰ ساعت و در ادامه خنک‌کردن در هوا انجام شده است. هدف از محلول‌سازی چندمرحله‌ای افزایش دمای نقطه ذوب اولیه سوپرآلیاژ است تا امکان انحلال بیش از ۹۰٪ یوتکتیک‌های γ/γ' و انحلال کامل γ' اولیه به فاز γ' ثانویه فراهم شود. پیرسازی دو مرحله‌ای پیشنهاد شده توسط کتوس [4]، پیرسازی در شرایط ۹۸۰ درجه سانتی‌گراد / ۵ ساعت+ ۸۷۰ درجه سانتی‌گراد / ۲۰ ساعت است. مرحله اول پیرسازی باعث رسوب γ' درشت و بهبود مورفولوژی کاربیدها و توزیع کاربیدها در مرزدانه می‌شود. مرحله دوم که معمولا در دمای پایین‌تر انجام می‌شود، باعث ایجاد رسوبات ریزترγ' و بهبود استحکام کششی و عمر گسیختگی می‌شود. عملیات محلول‌سازی سوپرآلیاژ CM247 با ترکیب شیمیایی و کاربرد مشابه TM-321 در ۴ چرخه مختلف ۳ تا ۵ مرحله‌ای با پله‌های ۱۰ درجه سانتی‌گراد بین هر مرحله، گزارش شده است. در صورت داشتن نرخ انجماد بهینه، عملیات حرارتی محلول‌سازی ۱۲۳۰ درجه سانتی‌گراد /۴ ساعت + ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد /۲ ساعت+ ۱۲۶۰ درجه سانتی‌گراد /۲ ساعت و در انتها خنک کردن در هوا، باعث به حداقل رساندن مناطق ذوب اولیه و اندازه فازهای یوتکتیک γ/γ' به همراه بیشینه حجم فاز γ' در این پژوهش شده است [7].

در پتنت سوپرآلیاژ TM-321، عملیات حرارتی محلول‌سازی در دمای ۱۰۸۰ درجه سانتی‌گراد و سپس خنک شدن در هوا پیشنهاد شده است [2]. در مقابل در پژوهش‌های جدید سای و همکاران سوپرآلیاژ پس از ریخته‌گری ابتدا تحت فرایند HIP با فشار ۱۷۲/۴Mpa در دمای ۱۱۸۵ درجه سانتی‌گراد به مدت ۴ ساعت قرار گرفته و در ادامه عملیات‌حرارتی محلول‌سازی در دمای ۱۱۸۵ درجه سانتی‌گراد با زمان ۲ ساعت انجام شده است [9,10].

پس از معرفی و استفاده سوپرآلیاژ TM-321 در پروژه ملی توربین‌های گازی ژاپن و ثبت پتنت این آلیاژ در سال ۱۹۸۲، از این آلیاژ در منابع علمی موجود و در دسترس، اطلاعات جامعی در مورد ریزساختار و مورفولوژی فازها یافت نمی‌شود و مقالات محدودی فقط از خواص آلیاژ ریزدانه (ساختار غیردندریتی اصلاح شده با روش‌های ریزدانه‌سازی و ترکیب شیمیایی بهینه شده با افزایش مقدار Zr) موجود است. در متون کتاب‌های مرجع تنها کلیات و مقایسه‌هایی از خواص این آلیاژ با دیگر سوپرآلیاژها و اینکه دارای طولانی‌ترین عمر گسیختگی در میان آلیاژهای چندبلوری نسل اول ریختگی عاری از Re است، دیده می‌شود [1,2] و [11-15]. با توجه به خواص کششی و خزشی عالی این آلیاژ در حالت چندبلوری، در

صورت دستیابی به مراحل تولید آلیاژ ریخته‌گری شده با ذوب القایی تحت خلأ یعنی در حالت درشت دانه، می‌توان گام بزرگی در کسب دانش فنی تولید این آلیاژ برداشت. با توجه به مطالب بیان شده، در این پژوهش به تحقیق ریزساختار سوپرآلیاژ پس از شرایط مختلف محلول‌سازی پرداخته می‌شود تا در نهایت بتوان به بهترین شرایط آنیل دست یافت.

روش پژوهش

سوپرآلیاژ TM-321 با ترکیب ارائه شده در جدول (۱)، از عناصر تشکیل دهنده با خلوص بالای ۹۹/۵ درصد در کوره ذوب القایی تحت خلأ ذوب و ریخته‌گری شد. ظرفیت کوره VIM ۲، کیلوگرم و دارای قالب آلومینایی است. خلأ اولیه کوره $۵×۱۰^{-۴}$ میلی‌بار است. عملیات ذوب مجدد در کوره ذوب مجدد قوسی تحت خلأ با شدت جریان ۳۵۰۰ آمپر و ولتاژ ۳۰ ـ ۳۱ ولت با قالب استوانه‌ای مسی انجام شد.

آنالیز عنصری آلیاژ ریخته‌گری شده، به روش طیف‌سنجی نوری نشری (OES) به وسیله دستگاه کوانتومتری Belec انجام شد. از آنالیز ICP-AES با دستگاه PerkinElmer 5300DV برای عناصر Hf ،Zr ،B و C استفاده شد.

عملیات حرارتی آنیل انحلالی در کوره مقاومتی آذرکوره توان بالا با دقت دمایی C °۱±، در اتمسفر هوا انجام شد. محلول‌سازی در دو دمای ۱۰۸۰ و ۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲، ۴ و ۶ ساعت مورد بررسی قرار گرفت.

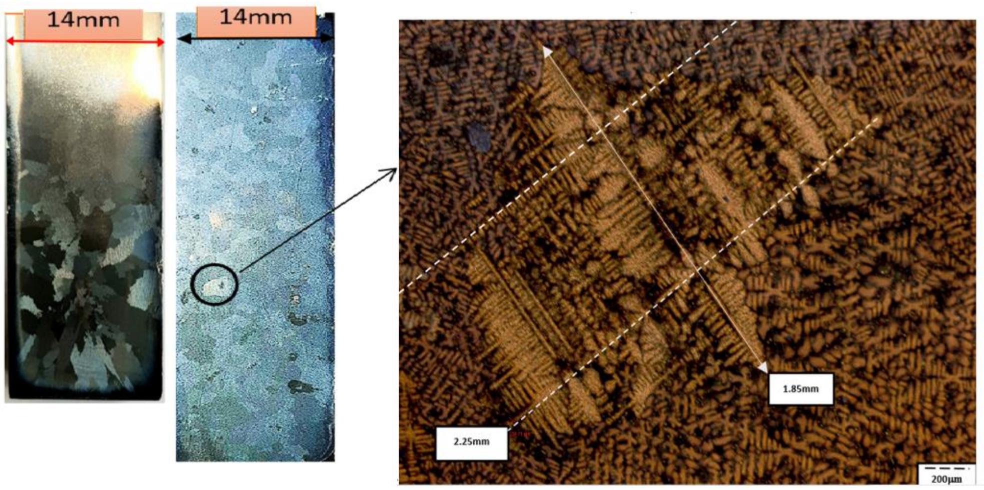
آماده‌سازی نمونه‌ها جهت بررسی‌های ریزساختاری، با سنباده‌زنی از مش ۶۰ تا ۱۲۰۰ و سپس پولیش انجام گرفت. محلول اچ با ترکیب 30ml Lactic Acid + 10ml HNO3 + 5ml HCl [16,17]، به مدت ۱ دقیقه برای تمامی نمونه‌ها مورد استفاده قرار گرفت.

جهت مشاهده ریزساختارها از میکروسکوپ نوری مدل Olympus BX 51 و میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل MIRA3 TESCAN مجهز به آنالیز EDS استفاده شد. آنالیز تصاویر متالوگرافی تهیه شده با استفاده از نرم‌افزارهای Fiji Image J® و Celemax® انجام گرفت. تحلیل رفتار ترمودینامیکی آلیاژ نیز با نرم‌افزار Procast®2018 انجام شد.

آزمایش سختی‌سنجی ماکرو ویکرز (HV0.2) با دستگاه Seiki Ogawa انجام شد که هر سختی گزارش شده میانگین ۵ اثر سختی است.

جدول ۱ بازه مجاز درصد عناصر انتخابی، مقدار هدف شارژ ذوب و ترکیب شیمیایی نهایی سوپرآلیاژ TM-321

مرجع	Co	Cr	W	Al	Ti	Ta	Hf	C	B	Zr
[6,8]	۱۲–۵	۹–۷	۱۱/۱۵–۵	۴/۵–۵/۸	۰/۱–۱/۵	۶–۴	۰/۱–۵/۵	۰/۰–۰۵/۱۵	۰/۰–۰۰۵/۰۲	۰/۰–۱۵/۳
هدف	۸/۲	۸/۱	۱۲/۶	۵	۰/۸	۴/۷	۰/۹	۰/۱۱	۰/۰۱	۰/۲
آنالیز کوانتومتری	۸/۲	۸/۷	۱۲/۷	۴/۶	۰/۷	۵	۰/۶۵	۰/۱۹	۰/۰۱۳	۰/۳



(ج) (ب) (الف)

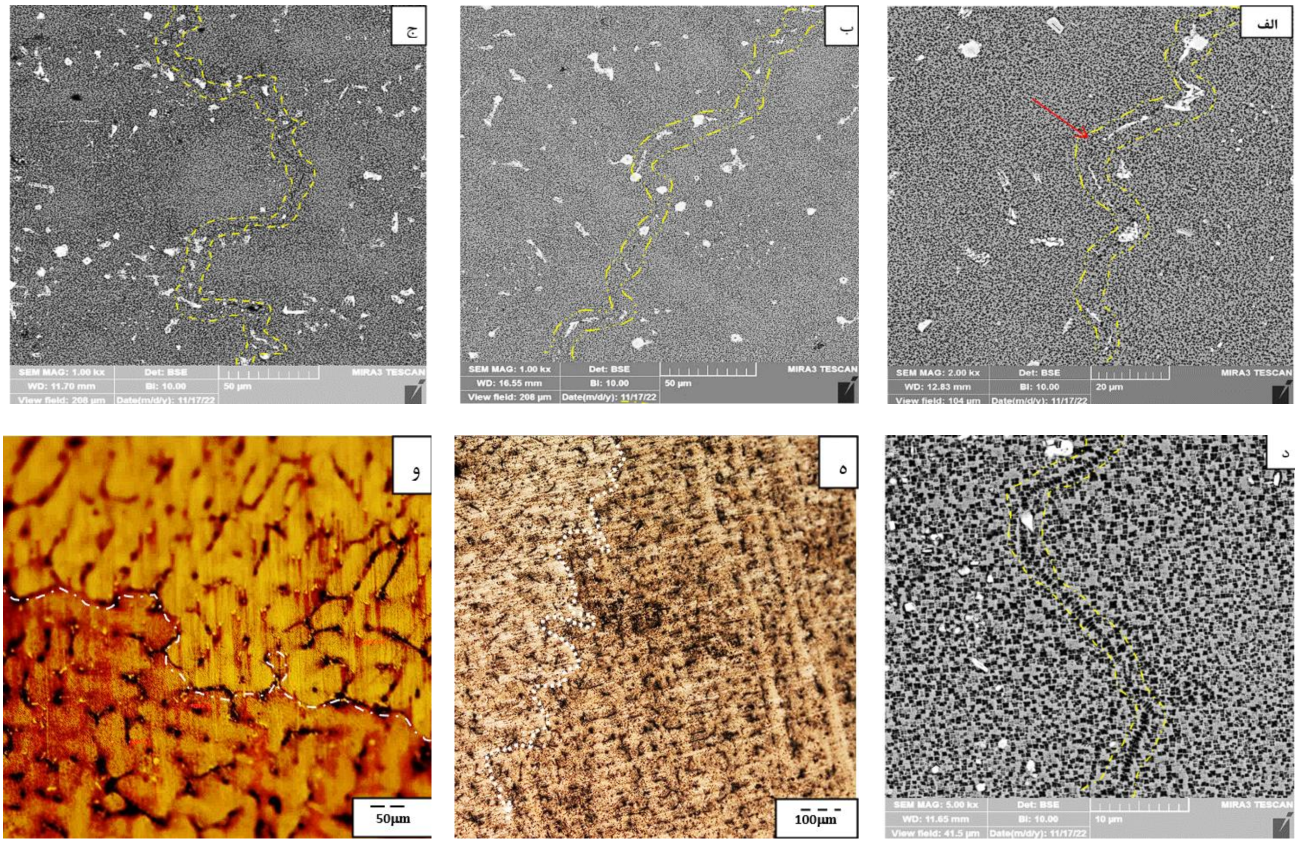
شکل ۱ تصاویر میکروسکوپی نوری از دانه‌بندی شمش‌های ریخته‌گری شده: الف) ریزساختار مقطع طولی، ب) درشت ساختار مقطع طولی و ج) مقطع عرضی شمش

نتایج و بحث

تصاویر درشت ساختاری مقاطع عرضی و طولی برش خورده از شمش ریختگی در شکل (۱) آورده شده است که در آن ساختار دندریتی، و نحوه دانه‌بندی با تنوع اندازه دانه‌ها در کناره‌های شمش مشاهده می‌شود. ریزساختار سوپرآلیاژ پایه نیکل TM-321، مانند اکثر سوپرآلیاژهای پایه نیکل چندبلوری در شرایط ریختگی شامل دانه‌بندی درشت (قطر میانگین ۶ تا ۹mm) و ساختار دندریتی (دندریت‌های اولیه و ثانویه) درون این دانه‌ها است.

در شکل (۲)، تصاویر با بزرگ‌نمایی بالاتر از ساختار ریختگی نشان داده شده است. در شکل‌های الف و ب و ج، ذرات کاربیدی، رسوبات سفیدرنگ در اشکال بلوکی، خطی پیوسته و خطی گسسته مشاهده می‌شود. سوپرآلیاژ TM-321، در رده سوپرآلیاژهای پایه نیکل با درصد بالای تنگستن (۱۲/۵–۱۳/۵ درصد وزنی) قرار می‌گیرد که پس از انجماد، اکثر کاربیدهای تشکیل شده در ساختار از نوع کاربیدهای MC هستند. در مشاهدات ریزساختاری، عمده رسوبات کاربیدی در مناطق بین دندریتی سپس در مرزدانه‌ها و تعداد محدودی درون شاخه‌های دندریتی هسته‌گذاری و رشد کرده‌اند. درصد رسوبات کاربیدی در سوپرآلیاژ TM-321 در منابع ذکر نشده است اما در پتنت سوپرآلیاژ [2] اشاره شده است که افزودن بیش از ۰/۱۵ درصد وزنی Zr به ترکیب آلیاژ باعث افزایش بیش از حد و مضر کاربیدها می‌شود. اما در پژوهش سای [10] مشاهده شده است که این افزایش تنها باعث شکست کاربیدهای بزرگ‌تر به قطعات ریزتر شده و درصد کلی فاز کاربید را تغییر نمی‌دهد، همچنین اشاره شده که افزایش Zr تا ۰/۴ درصد وزنی می‌تواند عمر خزشی را تا ۳۰٪ افزایش دهد.

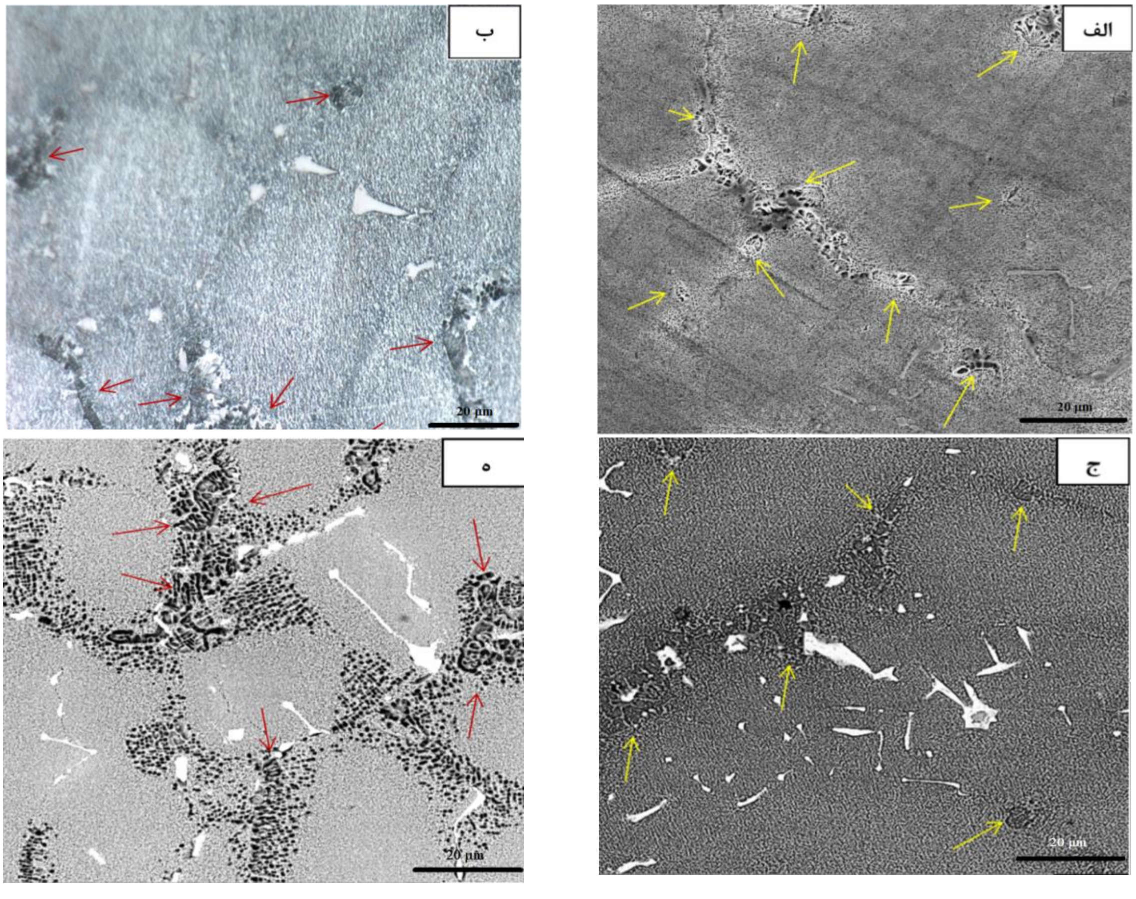
رسوبات γ' در شکل (۲ ـ د) به صورت رسوبات مکعبی در درون دانه و نواحی مرزدانه مشاهده می‌شوند. به نظر می‌رسد که رسوبات در مرزدانه درشت‌تر از رسوبات درون‌دانه‌ای هستند. لایه γ' شکل گرفته در مرزدانه (شکل ۲ ـ ج و د) باعث کاهش شکل‌پذیری و اعمال تمرکز تنش در نزدیکی مرزدانه می‌شود؛ از این رو در شرایط خزشی باعث مقاومت بهتر در برابر نفوذ نسبت به فاز نامنظم γ می‌شود [11].



شکل ۲ تصاویر BSE و تصویر میکروسکوپ نوری از مرزدانه سوپرآلیاژ TM-321 ریخته‌گری شده CC: الف و ب) تنوع مورفولوژی کاربیدهای مرزدانه (رسوبات سفیدرنگ، کاربیدها هستند)، ج و د) درشت‌شدن فاز γ' در مرزدانه (رسوبات مکعبی، γ' هستند)، ه ، و) تصاویر نوری از مرزدانه

جبهه‌های مختلف دندریتی انجماد، در حین رشد و برخورد با یکدیگر مرزهای دانه‌ها را تشکیل داده‌اند. مرزدانه‌های به وجود آماده در نمونه‌های سوپرآلیاژ TM-321 بسیار ظریفند (پهنای کمی دارند) و میانگین عرض ۱ تا ۲μm دارند. در نواحی مرزدانه مورفولوژی ریزساختاری شباهت زیادی به سایر مناطق دندریتی داشته است که این مورد در قسمت‌های (ه) و (و) شکل (۲) دیده می‌شود؛ همچنین در این نواحی حضور بیشتر کاربیدها و ذرات درشت γ' مشاهده می‌شود.

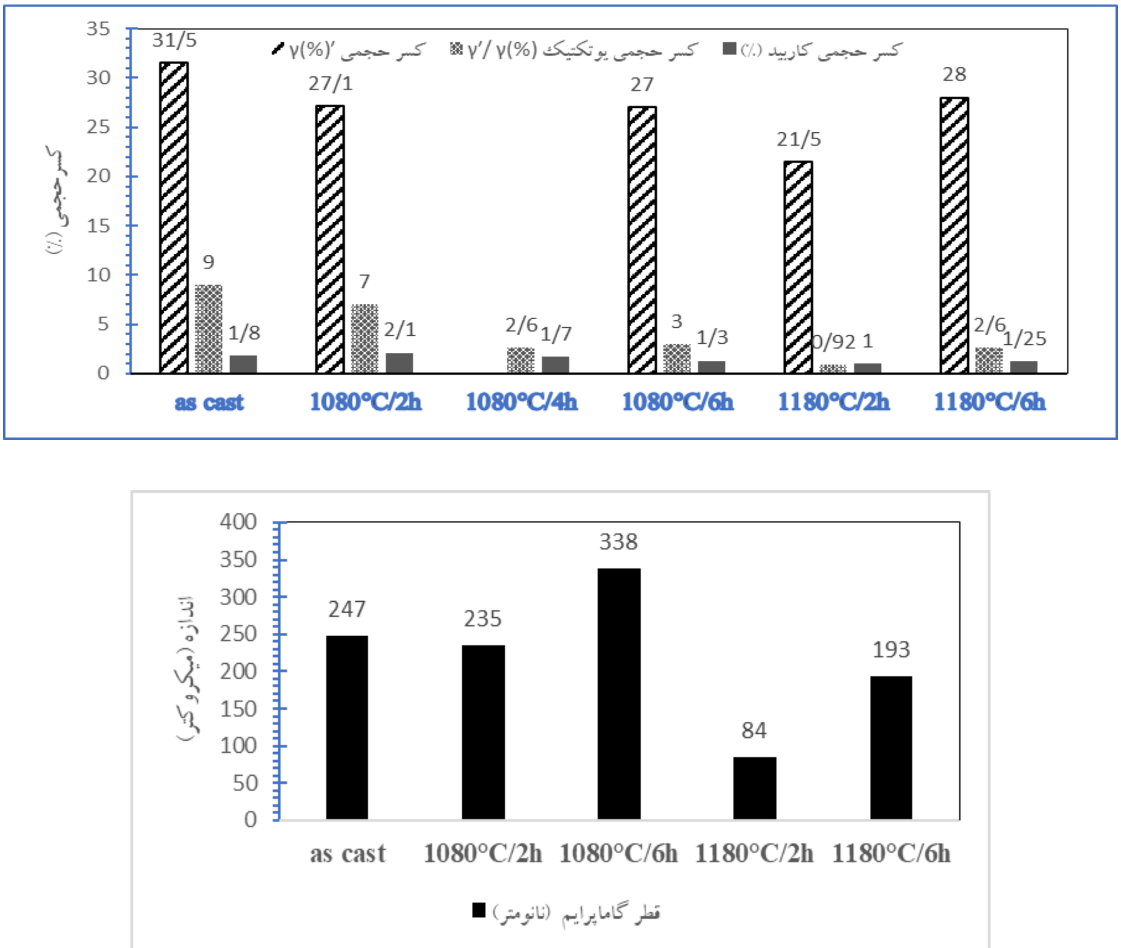
عملیات حرارتی محلول‌سازی(آنیل انحلالی) در به‌کارگیری سوپرآلیاژهای پایه نیکل در دماهای بالا نقش اساسی دارد، هدف از انجام این فرایند، انحلال کامل فاز γ' در زمینه γ و به حداقل رساندن جدایش ناشی از شرایط انجماد غیر تعادلی، به منظور آماده‌سازی آلیاژ برای مرحله پیرسازی است [18]. از این رو می‌توان به نتایج مطلوب حاصل از محلول‌سازی شامل انحلال و به حداقل رساندن حوضچه‌های γ/γ' و کسر حجمی فازهای γ' اشاره کرد؛ همچنین امکان انحلال کاربیدهای ناپایدار نیز وجود دارد. تصاویر ریزساختاری نمونه‌های آنیل انحلالی شده در دو دمای ۱۰۸۰ و ۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲، ۴ و ۶ ساعت در شکل (۳) نشان داده شده‌اند. با توجه به شکل (۳) ساختار دندریتی سوپرآلیاژ TM-321 در طی عملیات حرارتی محلول‌سازی در بازه‌های زمانی انجام شده به دلیل داشتن درصد بالایی از عناصر سنگین و سرعت نفوذ اندک آن‌ها تغییر محسوسی نکرده است. حوضچه‌های یوتکتیک در این تصاویر مشخص شده‌اند. شکل (۴) نمودار تغییرات کسر حجمی حوضچه‌های یوتکتیک γ/γ' را در حالت ریختگی و محلول‌سازی شده نشان می‌دهد. با آنیل در دمای ۱۰۸۰ درجه سانتی‌گراد، با فراهم شدن شرایط نفوذ عناصر، کسر حجمی حوضچه‌ها تا ۴ ساعت روند کاهشی دارد. پس از آن در ۶ ساعت به دلیل اینکه نفوذ عناصر سنگین همچون تانتالوم، تنگستن و هافنیوم نیاز به دماهای بالاتری دارد، لذا کسر حجمی یوتکتیک تغییر محسوسی نداشته است. با افزایش دما به ۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد با تسریع نفوذ، کسر حجمی یوتکتیک کاهش قابل توجه در زمان ۲ ساعت دارد.



شکل ۳ مناطق یوتکتیک در طی عملیات حرارتی آنیل انحلالی: الف) ۱۰۸۰ درجه سانتی‌گراد ، ۲ ساعت، ب) ۱۰۸۰ درجه سانتی‌گراد ، ۴ ساعت (تصویر میکروسکوپ نوری)، ج) ۱۰۸۰ درجه سانتی‌گراد ، ۶ ساعت و ه) ۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد ، ۶ ساعت (فلش‌ها: حوضچه یوتکتیک γ/γ')

با توجه به تصاویر ریزساختاری تهیه شده در این پژوهش، کسر حجمی فازهای یوتکتیک، کاربیدها و اندازه و کسر حجمی رسوبات گاماپرایم توسط نرم‌افزارهای آنالیز تصویری محاسبه و نتایج آن در شکل (۴) ارائه شده است.

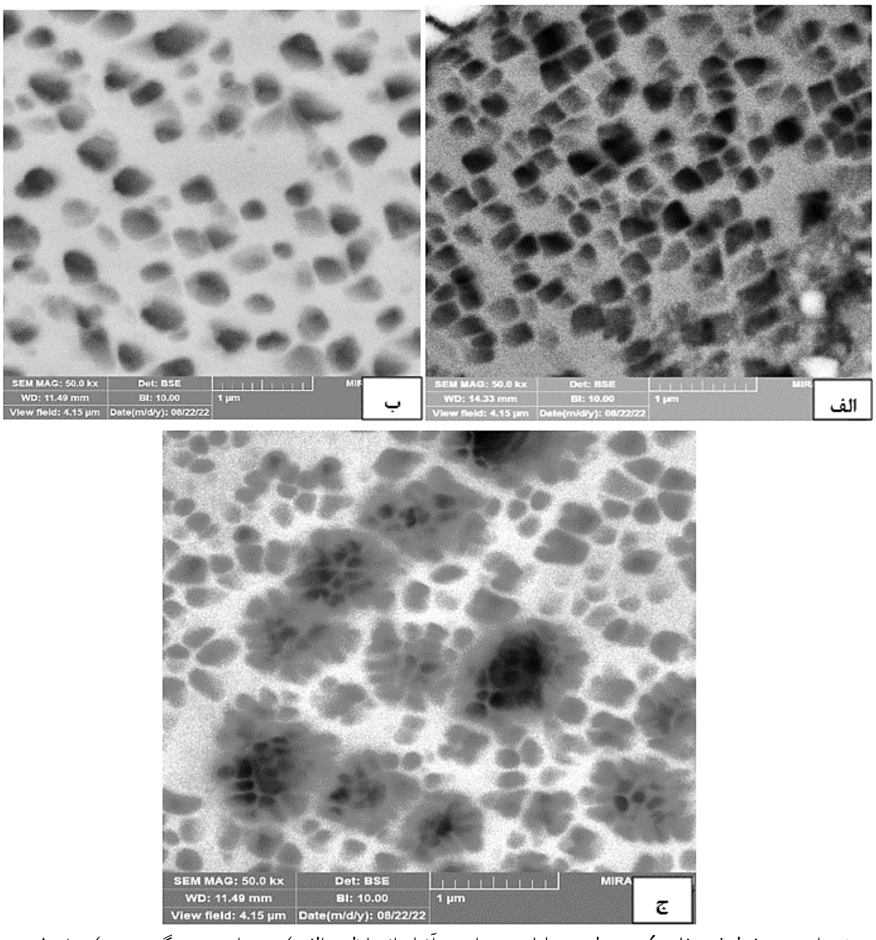
در نمودار شکل (۴) مشاهده می‌شود که سوپرآلیاژ TM-321 در شرایط پس از ریخته‌گری حدود ۹٪ فاز یوتکتیک دارد؛ که برای سوپرآلیاژهای پایه نیکل چندبلوری ریخته‌گری شده در قالب آلومینایی با ساختار دندریتی (مانند CM247LC [7] و Mar-M247 [4]) نیز، این میزان مورد انتظار است. در نمودار مشاهده می‌شود که زمان ۲ ساعت در دمای ۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد بیشترین حد از انحلال (۰/۹٪) را برای این فاز به همراه داشته است و در زمان‌های طولانی‌تر تغییرات مثبت محسوس مشاهده نشده است و یا ممکن است به علت جدایش‌های عنصری شدید عناصر خصوصا عناصر سنگین در ساختار سوپرآلیاژ امکان ایجاد مناطقی که ترکیب شیمیایی آن‌ها دمای لیکوئیدوس نزدیک به دمای آنیل ـ انحلالی داشته باشد شکل گرفته و با ایجاد مناطق ذوب اولیه در برخی نواحی ریزساختار امکان ایجاد مجدد حوضچه‌های یوتکتیک فراهم می‌شود. حوضچه‌های فاز ترد یوتکتیک γ/γ' معمولا در مراحل پایانی انجماد در شمش تشکیل می‌شوند؛ این مناطق می‌توانند آغازکننده و مسیرهای آسانی برای رشد ترک باشند، از این رو در طی آنیل انحلالی، به حداقل رساندن این مناطق از عوامل تعیین‌کننده یک چرخه موفق خواهد بود. در شرایط ایدئال، آنیل انحلالی می‌تواند منجر به حذف و یا بهبود ساختار دندریتی در سوپرآلیاژ مشابه نظیر Mar-M247 شود [19].



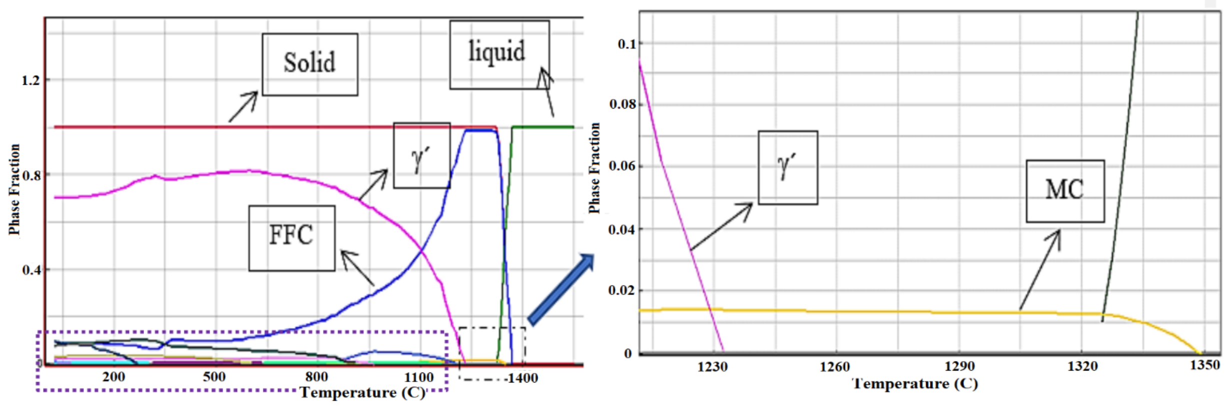
شکل ۴ نمودار تأثیر آنیل انحلالی بر الف) کسرحجمی فازهای γ'، کاربید و یوتکتیک و ب) میانگین اندازه فاز γ'

شکل (۵) تصاویر الکترون برگشتی آلیاژ ریختگی و محلول‌سازی شده به مدت ۶ ساعت را در دو دمای ۱۰۸۰ و ۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد نشان می‌دهد. روند تغییرات رسوبات γ' در این تصاویر قابل مشاهده است. پس از آنیل انحلالی در دمای ۱۰۸۰ درجه سانتی‌گراد، کسر حجمی رسوبات کاهش می‌یابد و با افزایش دما تا ۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد خوشه‌های پرتعداد و ریز رسوبات γ' ایجاد و رشد خواهند کرد. پدیده خوشه‌ای شدن (coagulation) فاز γ' نامطلوب است و در ایجاد توزیع مناسبی از سایز و مورفولوژی فاز γ' حین پیرسازی اخلال ایجاد خواهد کرد [6,19]. علاوه بر این مشاهدات، در شبیه‌سازی انجام شده با موتور محاسبات ترمودینامیکی نرم‌افزار Procast®2018 در شکل (۶) برای سوپرآلیاژ TM-321، برای فاز L12-FCC(γ') دمای انحلال کامل ۱۲۳۰ درجه سانتی‌گراد به دست می‌آید که با مشاهده پدیده انحلال و خوشه‌ایی شدن این فاز هم‌خوانی و قرابت دارد. مدل ترمودینامیکی نرم‌افزار، کسر حجمی ۳۵٪ برای γ' در دمای ۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد را پیش‌بینی می‌کند. بررسی رفتار انحلالی در دماهای بالاتر از ۱۱۸۰°C و امکان عبور از پدیده خوشه‌ایی شدن نیز برای چرخه‌های عملیات حرارتی بهتر قابل توجه خواهد بود.

در نمودار شکل (۶ ـ الف) درصد فاز γ' با استفاده از تصاویر BSE میکروسکوپ الکترونی و نرم‌افزار Fiji ImageJ® محاسبه شده است که در این نمودار درصد فاز γ' پس از ریخته‌گری برابر با ٪۳۱/۵ است که پس از محلول‌سازی در بازه‌های زمانی انتخاب شده برای دو دما، در شرایط بهینه (۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲ ساعت) به ٪۲۱/۵ رسیده است. انحلال حدود ۱۰٪ فاز γ' از شرایط ایدئال که انحلال کامل است فاصله داشته اما در شرایط کاربردی (زمان‌های کوتاه و در دسترس) برای سوپرآلیاژ TM-321 و Mar-M247 قابل‌قبول است و پس از پیرسازی احتمالا می‌توان به خواص مکانیکی مطلوب رسید.



شکل ۵ تصاویر BSE از تغییرات مورفولوژی فاز γ' در طی عملیات حرارتی آنیل انحلالی: الف) پس از ریخته‌گری، ب) ۱۰۸۰ درجه سانتی‌گراد ، ۶ ساعت، ج) ۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد ، ۶ ساعت

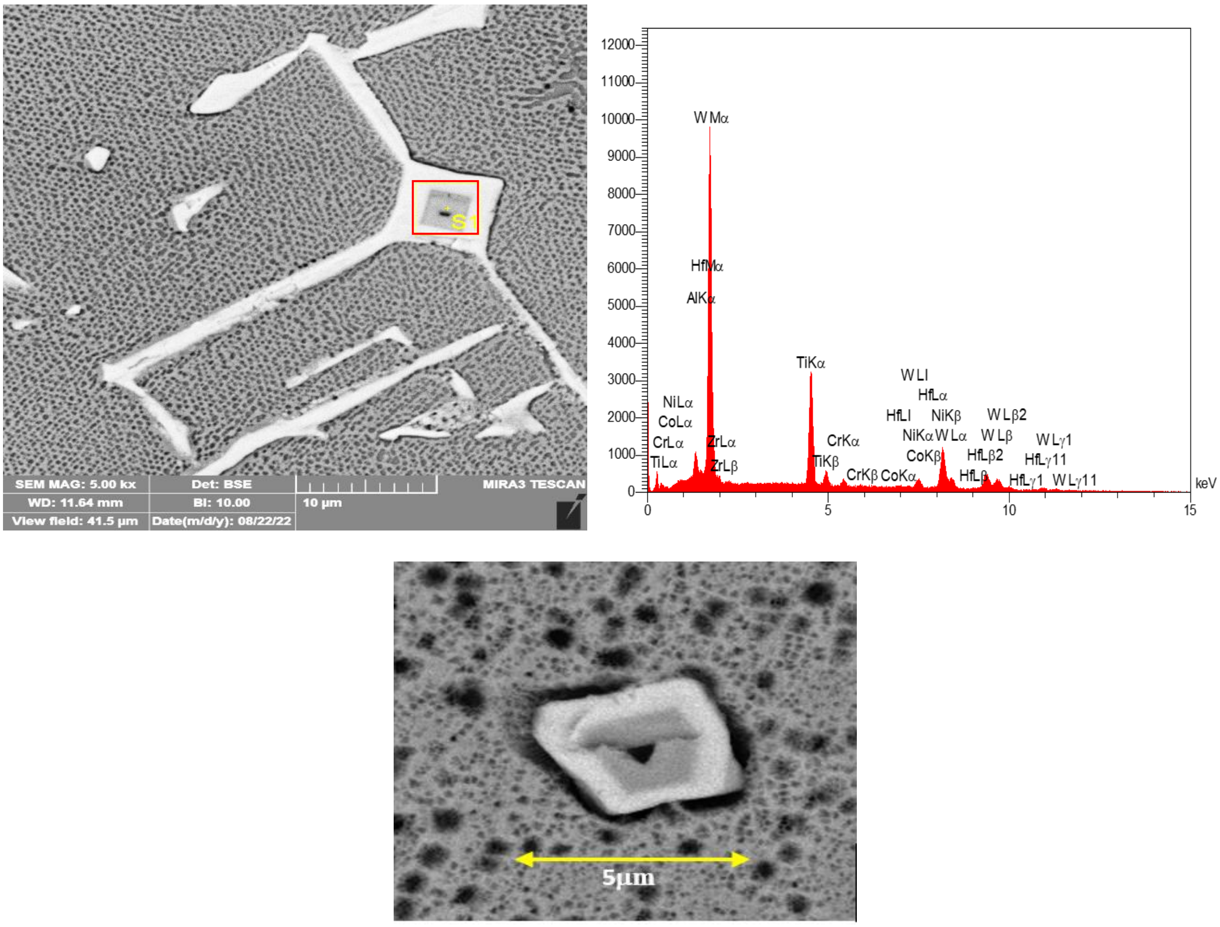


شکل ۶ نتایج محاسبات ترمودینامیکی درصد فازهای آلیاژ با نرم‌افزار Procast®2018

در طی عملیات حرارتی آنیل انحلالی علاوه بر درصد انحلال رسوبات γ′، اندازه و نوع توزیع آن نیز دارای اهمیت است؛ در نمودار شکل (۴ ـ ب) میانگین اندازه ذرات γ′ آورده شده است. همان طور که مشاهده می‌شود ریزترین ابعاد رسوبات در دمای ۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲ ساعت ایجاد شده و در زمان‌های طولانی (۶ ساعت) در این دما پدیده خوشه‌ای شدن رخ داده است که این پدیده در شکل (۷ ـ ج) مشاهده می‌شود. از طرف دیگر دمای ۱۰۸۰ درجه سانتی‌گراد در بازه ۲ تا ۶ ساعت اعمال شده به قطعات باعث افزایش اندک اندازه رسوبات γ′ شده و همچنین باعث درشت‌تر شدن آن‌ها در زمان ۶ ساعت شده است؛ در این حالت ذرات ریزتر γ′ به دلیل تمایل به کاهش انرژی سطحی حل شده و با شیب غلظتی ایجاد شده عناصر به سمت ذرات درشت حرکت کرده و منجر به رشد ذرات درشت‌تر می‌شوند [20].

در شکل (۴ ـ الف) نمودار تغییرات سطحی کاربیدها پس از آنیل ـ انحلالی نیز ارائه شده است. در این نمودار انحلال و تجزیه جزئی کاربیدها در مقایسه با شرایط پس از ریخته‌گری مشاهده می‌شود که از حدود ۲٪ پس از ریخته‌گری به ۰/۹٪ در زمان ۲ ساعت در دمای ۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد رسیده است. اکثر کاربیدهای موجود در سوپرآلیاژ TM-321 پس از ریخته‌گری از نوع MC هستند که این کاربیدها در ساختار ناپایدار هستند و در تمامی مراحل از ساخت، عملیات حرارتی و شرایط کاری در صورت باقی ماندن در ساختار به سمت تجزیه شدن به کاربیدهای M_6C یا $M_{23}C_6$ و ایجاد ذرات γ′ جدید در زمینه خواهند رفت. از آنجا که آلیاژ TM-321 در میان سوپر آلیاژهای پایه نیکل دارای درصد زیادی از تنگستن در ترکیب خود است، در درجه اول کاربیدهای WC و سپس TaC و TiC در ساختار حضور خواهند داشت که همگی از کاربیدهای با دمای انحلال بالا هستند. از این رو در طی آنیل انحلالی تغییراتی شدید در حجم این فازهای کاربیدی مشاهده نخواهد شد اما نشانه‌هایی از شروع فرایند تجزیه (شکل ۷) رؤیت شد. افزایش اندک درصد کاربیدها در زمان‌های طولانی‌تر این دما را می‌توان ناشی از شکست و تجزیه کاربیدهای MC در لبه‌ها به M_6C و $M_{23}C_6$ درشت شدن آن‌ها مرتبط دانست [21].

از میان کاربیدهای مشاهده شده با دو نوع مورفولوژی بلوکی و خطی (بشقابی) پراکنده، در سوپرآلیاژ TM-321 یکی از انواع پرتعداد بلوکی با هندسه منظم هگزاگونال دیده می‌شود. این نوع کاربید با این هندسه در دیگر پژوهش‌ها نیز برای سوپرآلیاژهای MAR-M247 [22] و INCONEl718 [23] نیز دیده می‌شود. ساختار کربونیترایدی نیز در شکل (۷) و (۸) مشاهده می‌شود. مطابق پژوهش هارونا [23] که به طور تخصصی بر حذف آخال و ناخالصی‌ها تحقیق شده، حضور نیتروژن با فشار جزئی 10^{-5} تور در دمای ۱۳۳۰ درجه سانتی‌گراد در سوپرآلیاژهای پایه نیکل مانند IN100 می‌تواند باعث انحلال حداقل 10ppm نیتروژن در ترکیب سوپرآلیاژ شود. نیتروژن حل شده در آلیاژ در واکنش با Ti می‌تواند ساختار کربونیترایدی مشاهده شده در شکل (۷) ایجاد کند در این ساختار در مرکز هسته MgO و Al_2O_3 مشاهده می‌شود که در لایه بعد با TiN احاطه شده که این ترکیب به عنوان هسته جوانه‌زا برای رشد کاربید MC (لایه روشن خارجی) اولیه عمل خواهد کرد.



شکل ۷ تصویر میکروسکوپ الکترونی BSE کاربید MC (**(W,Ti)C**) و آنالیز نقطه‌ایی EDS از ناحیه S1

با افزایش دما و در زمان‌های طولانی کاربیدهای MC اولیه شروع به تغییر و متلاشی شدن کرده و لایه نازکی از γ' به همراه ناحیه کوچک کاربیدهای غنی از Cr (M_6C , $M_{23}C_6$) در فصل مشترک **MC/γ** ایجاد می‌شود. در این ناحیه کاربید فراهم کننده عناصر C و Ti و زمینه γ عنصر Cr خوهد بود. از آنجا که نفوذ عنصر C در ساختار بسیار سریع‌تر از سایر عناصر است، فازهای دارای این عنصر در این فصل مشترک در کنار لایه نازک γ' ایجاد می‌شوند [22,24]. این لایه در شکل (۷ ـ ج) و شکل (۸) دیده می‌شود.

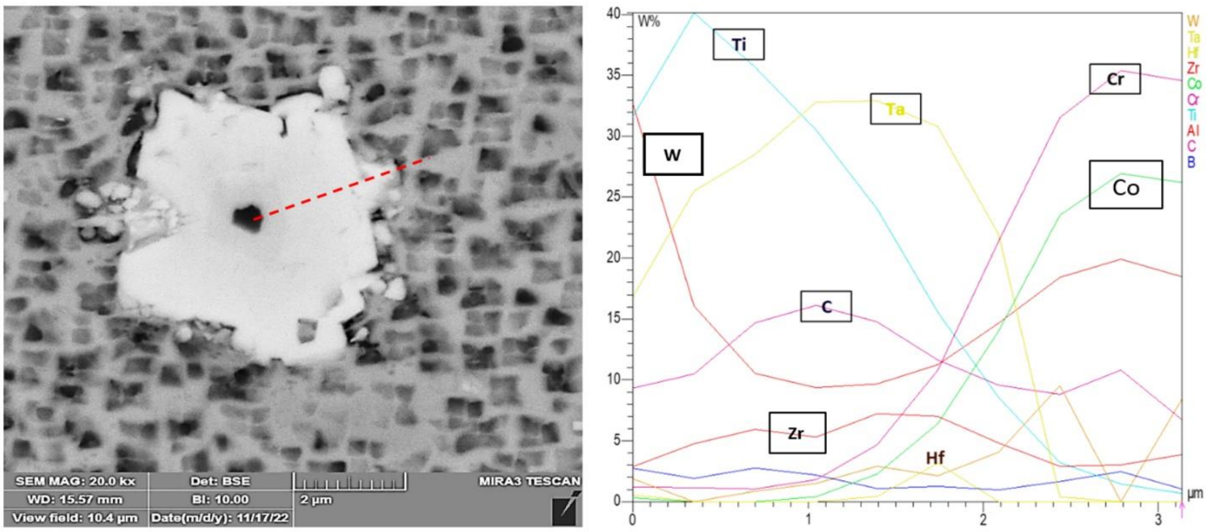
تجزیه کاربیدهای MC به نوع دیگر M_6C در سوپرآلیاژ TM-321 پس از چرخه کامل عملیات حرارتی با محلول‌سازی ۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۶ ساعت به طور محسوس‌تری مشاهده شد که در شکل (۸) تجزیه و خورد شدن کاربید بلوکی MC و تغییر ترکیب شیمیایی با استفاده از آنالیز EDS خطی مشاهده می‌شود.

با توجه به نمودار آنالیز خطی EDS از ترکیب کاربید بلوکی MC در شکل (۸) مشاهده می‌شود که درصد وزنی کربن از ۱۶ درصد وزنی (نزدیک به ۵۰ درصد اتمی) در قسمت‌های میانی کاربید بلوکی که دچار شکست و تجزیه نشده‌اند به حدود ۱۶٪ تا ۲۴٪ اتمی (محدوده کاربیدهای M_6C و $M_{23}C_6$) در مناطق کناری بلوک کاربید رسیده است. به علاوه افزایش درصد عنصر Cr تا ۳۵ درصد وزنی را در نواحی تجزیه شده کاربید می‌توان مشاهده کرد. به طور کلی عنصر Cr و W بخش فلزی کاربیدهای M_6C را در سوپرآلیاژها تشکیل می‌دهد. در پژوهش سای [9] اشاره شده است که کاربیدهای $M_{23}C_6$ و M_7C_3 در این سوپرآلیاژ مشاهده نشده و تنها نوع MC و M_6C که در هر دو نوع کاربید M به طور غالب از فلز W تشکیل شده، مشاهده شده است اما همان طور که دیده شد نشانه‌های تشکیل کاربید $M_{23}C_6$ و M_6C غنی از Cr در نمونه‌های این پژوهش وجود دارد.

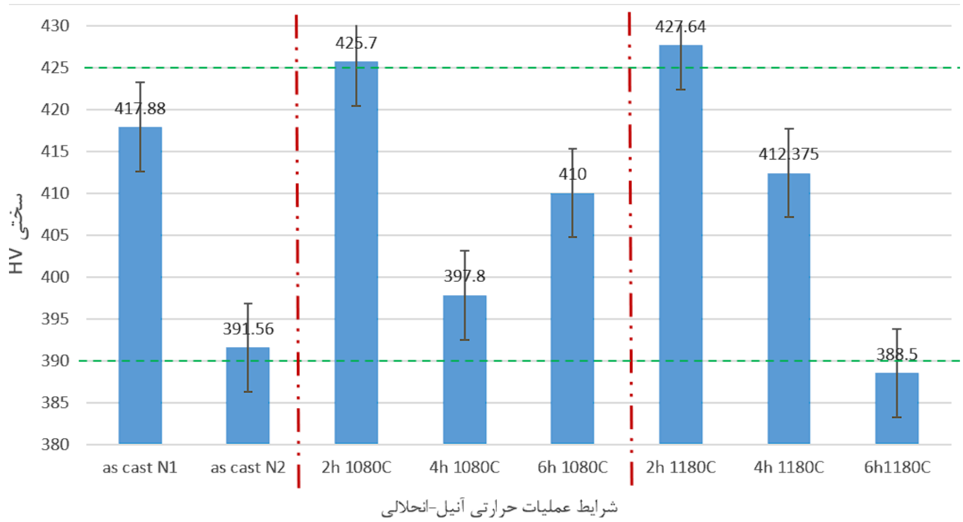
در شکل (۹) نمودار میانگین سختی در دو شمش ریختگی و شرایط مختلف آنیل ـ انحلالی را نشان می‌دهد. در این شکل مشاهده می‌شود که سوپرآلیاژ در شرایط ریختگی سختی بین ۳۹۲ ـ ۴۱۸ ویکرز دارد. با آغاز آنیل ـ انحلالی در ۱۰۸۰ درجه سانتی‌گراد تا زمان ۲ ساعت تغییر محسوسی نسبت به شرایط پس از ریختگی دیده نمی‌شود، در ادامه در ۴ ساعت و حل شدن رسوبات ریز کاهش سختی و تا زمان ۶ ساعت و درشت‌تر شدن ذرات افزایش سختی اندکی در روند نمودار مشاهده می‌شود. با آنیل ـ انحلالی در ۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد روند کاهشی سختی با انحلال جزئی رسوبات تا ۶ ساعت مشاهده می‌شود.

در پژوهش کیم و همکاران [25] بر دو سوپرآلیاژ Mar-M247 و TM-321 گزارش شده است که در این سوپرآلیاژ بیشینه تغییرات سختی در تمامی شرایط برای هر دو آلیاژ نزدیک به ۱۰۰ ویکرز (۵۵۰–۴۵۰ ویکرز) بوده، و تغییرات آن از میان عوامل مختلف، بیشترین ارتباط را در وابستگی با کسر حجمی و اندازه ذرات فاز γ' داشته است. هر چند که اثبات رابطه مستقیم بین سختی و اندازه ذرات γ' در سوپرآلیاژهای تجاری به دلیل تنوع اندازه‌های موجود و حضور ثابت کاربیدها دشوار خواهد بود. این ارتباط برای استحکام کششی و سختی، در درصدهای حجمی پایین فاز γ' محسوس بوده ولی در درصدهای بالاتر (حدود ۴۵٪) مشاهده نمی‌شود. کسر حجمی فاز γ' در نمودار ۴ که مربوط به آنیل ـ انحلالی است، در بازه ۳۰ـ۲۰٪ قرار می‌گیرد. با توجه به پایین بودن کسر حجمی γ' می‌توان ارتباط سختی با اندازه و کسر حجمی رسوبات γ' را مشاهده کرد (سختی به کاربیدها و عناصر محلول جامد نیز وابسته است که با عملیات آنیل ـ انحلالی انجام شده تغییر اندک بود). فاز بین فلزی استحکام‌بخش سوپرآلیاژ TM-321 همانند سایر سوپرآلیاژهای پایه نیکل رسوبات γ' هستند. فاز γ' اولیه در اکثر سوپرآلیاژهای پایه نیکل در حین انجماد تشکیل می‌شود؛ شرایطی مانند نرخ سرد شدن آهسته و در نتیجه آن فراهم شدن زمان برای نفوذ، حضور مقادیر زیاد Ta در ترکیب شیمیایی، وجود محل‌های جوانه‌زنی حین انجماد و قرارگیری دمای شروع تشکیل γ' در بازه انجمادی (بین سالیدوس و لیکوئیدوس) سوپرآلیاژها باعث ایجاد این فاز می‌شوند [16].

در میان شرایط عملیات حرارتی آنیل ـ انحلالی انجام شده در این پژوهش برای سوپرآلیاژ TM-321 (Zr ۰/۲٪)، در مجموع اهداف محقق شده شامل کاهش استخرهای یوتکتیک، انحلال رسوبات γ' اولیه و ایجاد توزیع اندازه ریز از آن‌ها چرخه ۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲ ساعت انتخاب شد.



شکل ۸ تجزیه کاربید MC و آنالیز خطی EDS



شکل ۹ نمودار میانگین نتایج سختی ویکرز در شرایط ریختگی و پس آنیل ـ انحلالی (N1: شمش شماره ۱ و N2: شمش شماره ۲)

نتیجه‌گیری

۱. با آنیل در دمای ۱۰۸۰ درجه سانتی‌گراد، کسر حجمی یوتکتیک تا ۴ ساعت روند کاهشی دارد و پس از آن در ۶ ساعت تغییر محسوسی نداشته است؛ با افزایش دما به ۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد کاهش قابل توجه در زمان ۲ ساعت دارد و پس از آن افزایش مجدد مشاهده می‌شود. آنیل اثر محسوسی بر حذف و بهبود جدایش عناصر در ساختار دندریتی کلی آلیاژ نداشته است.

۲. پس از آنیل انحلالی در دمای ۱۰۸۰ درجه سانتی‌گراد، کسر حجمی γ' کاهش می‌یابد و با افزایش دما تا ۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد خوشه‌های پرتعداد و ریز رسوبات γ' ایجاد و رشد خواهند کرد. پدیده خوشه‌ای شدن فاز γ' نامطلوب است و در ایجاد توزیع مناسبی از سایز و مورفولوژی فاز γ' حین پیرسازی اخلال ایجاد خواهد کرد.

۳. سوپر آلیاژ در شرایط ریختگی سختی بین ۳۹۲ ـ ۴۱۸ ویکرز دارد. با آغاز آنیل ـ انحلالی در ۱۰۸۰ درجه سانتی‌گراد تا زمان ۲ ساعت تغییر محسوسی نسبت به شرایط پس از ریختگی دیده نمی‌شود، در ادامه در ۴ ساعت و حل شدن رسوبات ریز کاهش سختی و تا زمان ۶ ساعت و درشت‌تر شدن ذرات، افزایش سختی اندکی در روند نمودار مشاهده می‌شود. با آنیل ـ انحلالی در ۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد روند کاهشی سختی با انحلال جزئی رسوبات تا ۶ ساعت مشاهده می‌شود.

۴. در میان شرایط عملیات حرارتی آنیل ـ انحلالی انجام شده در این پژوهش برای سوپرآلیاژ TM-321 (Zr ۰/۰۲٪)، در مجموع اهداف محقق شده شامل کاهش استخرهای یوتکتیک، انحلال رسوبات γ' اولیه و ایجاد توزیع اندازه ریز از آنها چرخه ۱۱۸۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲ ساعت انتخاب شد.

تقدیر و تشکر

مراجع

[1] H. Harada and, N. Rene, “High temperature materials for gas turbines : the present and future,” *Proccceding International Gas Turbine Congress, 2003*, pp. 1-9.

[2] K. H. M.Yamazaki, “JapanPatent #JP59059854A2,” Japan Science and Technology Agency, 1982.

[3] M. Yoritaka, Y. Yamamoto, Y. Hasegawa, and T. Hokari, “Automotive Application of Advanced Superalloys,”

Journal of Materials, vol. 38, no. 12, pp. 20-22, 1986.

[4] J. R. Kattus, *MAR M 247-Aerospace Structural Metals Handbook*. West Lafayette: Purdue Research Foundation, 1999.

[5] H. T. Lee, and S. W. Lee, “The Morphology and Formation of Gamma Prime in Nickel-Base Superalloy,” *Journal of Materials Science Letter*, vol. 9, pp. 516-517, 1990.

[6] I. M. Wolff, “Precipitation Accompanying Overheating in Nickel-Base Superalloy,” *Materials Performance*, vol. 29, pp. 516-517, 1992.

[7] M. Mostafaei, and S. M. Abbasi, “Solutioning and solidification process control in Ta-modified CM247 LC superalloy,” *Journal of Materials Processing and Technology*, vol. 231, pp. 113-124, 2016.

[8] G. Zhao, X. Zang, S. Gao, “Effect of Zr on As-cast and As-homogenized Microstructures of High Al+Ti Containing Ni-Based Superalloy,” Rare Metal Materials and Engineering, vol. 51, no. 9, pp. 3372-3380, 2023.

[9] Y. L. Tsai, S. F. Wang, H. Y. Bor, and Y. F. Hsu, “Effects of alloy elements on microstructure and creep properties of fine-grained nickel-based superalloys at moderate temperatures,” *Materials Science and Engineering A*, vol. 571, pp. 155-160, 2013.

[10] Y. L. Tsai, S. F. Wang, H. Y. Bor, and Y. F. Hsu, “Effects of Zr addition on the microstructure and mechanical behavior of a fine-grained nickel-based superalloy at elevated temperatures,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 607, pp. 294-301, 2014.

[11] Q. Z. Chen, C. N. Jones, and D. M. Knowles, “The grain boundary microstructures of the base and modified RR 2072 bicrystal superalloys and their effects on the creep properties,” *Materials Science and Engineering: A,* vol. 385, pp. 402-418, 2004.

[12] F. Theska, W. F. Tse, M. Schulz, M. Lison-Pick, S. Primig, “Review of Microstructure–Mechanical Property Relationships in Cast and Wrought Ni-Based Superalloys with Boron, Carbon, and Zirconium Microalloying Additions,” Advanced Engineering Materials, vol. 25, no. 8, pp.2201514, 2023.

[13] Y. Zhou, Y. Cui, B. Wang, S. Li, J. Wang, “Effects of Zirconium Additions on the Microstructure and Stress-Rupture Properties in Polycrystalline Ni-Based Superalloys,” Minerals, Metals and Materials Series, pp. 166-175, 2024.

[14] M. R. Barajas Álvarez, A. Bedolla Jacuinde, V.H. López Morelos, A. Medina Flores, A. Ruiz, “Improving the High-Temperature Creep Resistance of a Cast Co-Cr-W-Ni Superalloy with Additions of B and Zr,” Journal of Materials Engineering and Performance, vol. 33, no. 17, pp. 9226-9243, 2024.

[15] B. Kang, Y. Lee, J. Kim, T. Ha, Y. Kim, “Microstructural Analysis on Grain Boundary of Boron– and Zirconium–Containing Wrought Nickel-Based Superalloys,” Crystals, vol. 14, no. 3, pp. 290-295, 2024.

[16] M. J. Donachie, and S.J. Donachie, *Superalloys a Technical Guide, 2nd ed*. ASM International, 2002.

[17] M. Rahimian, “Physical simulation of investment casting of Mar-M247 Ni-based sueralloy,”phd thesis, Carlos III University of Madrid, 2015.

[18] H. Bor, C. Wei, A. Yeh, W. He, H. Wang and C. Kuo, “Heat treatment effects on the high temperature mechanical behavior of directionally solidified mar-m 247 superalloy,” Proceedings of the 8th Pacific Rim International

Congress on Advanced Materiala and Processing, springer, 2013, pp. 379-386.

[19] R. Baldan, R. L. P. Rocha, R. B. Tomasiello and C. A. Nunes,"Solutioning and Aging of MAR-M247 Nickel-Based Superalloy," Journal of Materials Engineering and Performance, vol. 22, no. 9, pp. 2574-2579, 2013.

[20] O. Kubaschewski, "Thermodynamics of Solids," *International Metallurgical Reviews*, vol. 18, no.2, pp. 89-90, 1973.

[21] F.C. Campbell, *Fatigue and fracture, understanding the Basics*. Ohio: ASM International, 2012.

[22] J. Zyka, I. Andrsova, J. Malek, **B.** Podhorna, A. Joch and K. Hrbacek, "Microstructure and mechanical properties of MAR-M-247 nickel superalloy," *5th Anniversary International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings*, pp. 1606-1611, 2016.

[23] Y. Haruna, "Removal of Inclusions from cast superalloy Revert,", Sanyo Technical Report, vol. 2, pp. 41-49, 1995.

[24] X. Dong, X. Zhang, K. Du, Y. Zhou, T. Jin, and H. Ye, "Microstructure of Carbides at Grain Boundaries in Nickel Based Superalloys," Journal of Material Science and Technology, vol. 28, pp. 1031-1038, 2012.

[25] H.T. Kim, S. S. Chun, X. Yao, Y. Fang, J. Choi, "Gamma prime precipitating and ageing behaviours in two newly developed nickel-base superalloys," Journal of Material Science, vol. 32, pp. 4917-4923, 1997.